

## Síntese e avaliação de um ormosil impresso molecularmente para extração em fase sólida (MISPE) on-line de triazinas em águas.

Camila M. Vigna<sup>1</sup> (PG)\*, Raquel G.C. Silva<sup>2</sup> (PG), Fabio Augusto<sup>2</sup> (PQ), Carla B.G. Bottoli<sup>2</sup> e Carol H. Collins<sup>1</sup> (PQ). \*camilavigna@gmail.com

1) Laboratório de Pesquisas em Cromatografia Líquida, IQ – Unicamp 13084-862 Campinas, São Paulo.

2) Laboratório de Cromatografia Gasosa, IQ – Unicamp 13084-862 Campinas, São Paulo.

Palavras Chave: ormosil, impressão molecular, triazinas

### Introdução

Os herbicidas da classe das triazinas são os mais antigos e os mais comumente utilizados no controle de ervas daninhas agrícolas, sendo responsáveis por cerca de 30% do mercado mundial de pesticidas [1]. Neste trabalho avaliou-se o preparo e aplicação de um material impresso molecularmente para extração em fase sólida on-line seletiva de triazinas preparado a partir do processo sol-gel.

### Resultados e Discussão

Para o preparo do ormosil, 300 mg de solução saturada de atrazina foram adicionadas a uma mistura contendo 100 mg de aminopropiltrimetoxisilano (APTMS), 500 mg de tetraetilortosilicato (TEOS) e 220 mg de  $\text{NH}_4\text{OH}$ . O material foi gelificado em um banho de água a 40 °C, pulverizado e peneirado. A atrazina foi removida através de extração por soxhlet. Paralelamente foi preparado um material sem adição do template para comparação dos resultados. Cerca de 300 mg do ormosil foi colocado em um tubo de aço inox (60 mm x  $\phi$  = 3.9 mm) para acoplamento on-line com uma coluna C18 Novapack 150 mm x  $\phi$  = 3.9 mm (Waters, Milford, USA). O sistema cromatográfico consistiu de duas bombas: Shimadzu (Kyoto, Japan) LC-10AD e Waters (Milford, USA), uma válvula Rheodyne de 6 vias e um detector espectrofotométrico da Shimadzu SPD-10A. A avaliação cromatográfica dos materiais foi realizada utilizando-se como fase móvel uma mistura de acetonitrila : água (30:70) v/v, com pH ajustado em 3.0 com ácido fosfórico. A vazão da fase móvel utilizada na coluna C18 foi de 1.3 mL min<sup>-1</sup>, enquanto que na coluna de MISPE foi utilizada uma vazão de 0.5 mL min<sup>-1</sup>. Para avaliação do processo de extração foi utilizada uma mistura aquosa 1 mg L<sup>-1</sup> contendo atrazina, propazina, simazina, linurom e diurom.

Após cada extração e separação, a coluna contendo o material impresso foi condicionada com metanol; não foi observado efeito de memória entre as análises. A morfologia dos materiais impresso (MIS) e não impresso (NIS) foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura. Observou-se que o MIS

possui estrutura lamelar, enquanto que o NIS possui estrutura de um agregado de pequenas partículas com alta densidade.

Foi estudado o efeito do volume de amostra na extração on-line e para isso, passou-se pelo tubo diferentes volumes de amostra de uma mistura contendo 50  $\mu\text{g L}^{-1}$  de triazinas. A quantidade extraída aumenta linearmente com o aumento no volume de amostra. Porém, após passagem de 10 mL de amostra ocorre uma diminuição na quantidade extraída das triazinas.

A Figura 1 ilustra o potencial do MIS na extração seletiva de triazinas a partir de águas naturais. Pode-se verificar que na extração com MIS, apenas as triazinas ficaram retidas, enquanto que o diurom e linurom (classe das uréias) não apresentaram retenção no material impresso.

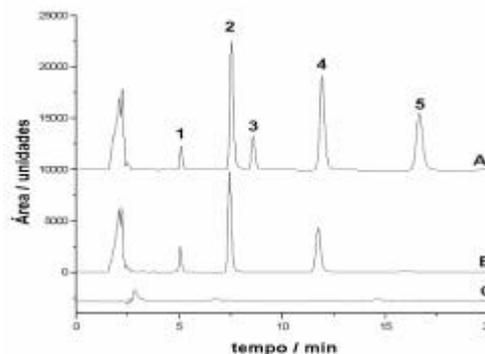


Figura 1. Cromatogramas obtidos após extração on-line de mistura 1 mg L<sup>-1</sup>. A: padrões, B: extração com MIS, C: extração com NIS. 1: simazina, 2: atrazina, 3: diurom, 4: propazina e 5: linurom.

### Conclusões

O material sorvente impresso preparado pelo PSG se mostrou adequado para extração seletiva de triazinas proveniente de águas naturais. O material possui alta durabilidade sendo utilizado mais de 50 vezes sem alterações no desempenho.

### Agradecimentos

CAPES, Fapesp e CNPq.

<sup>1</sup> R. Carabias-Martínez, E. Rodríguez-Gonzalo e E. Herrera-Hernández, Anal. Chim. Acta, 2006, 559, 186.